

EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 03221142
PUBLICATION DATE : 30-09-91

APPLICATION DATE : 24-07-89
APPLICATION NUMBER : 01192104

APPLICANT : KURARAY CHEM CORP;

INVENTOR : TANAKA EIJI;

INT.CL. : B01J 20/28 B01J 20/20

TITLE : ADSORBENT INDICATOR

ABSTRACT : PURPOSE: To accurately display the adsorption amount of a malodorous sulfur compound by molding a mixture of a metal salt or metal oxide and activated carbon using a binder composed of plastic or a plastic powder.

CONSTITUTION: A metal salt or metal oxide and activated carbon are mixed and the resulting mixture is molded using plastic or a plastic powder as a binder to obtain an adsorbent indicator of a malodorous sulfur compound. As the metal salt compound, a copper compound such as copper phosphate, copper sulfate or copper chloride or a lead compound such as lead sulfate or lead oxalate is pref. The latex being the binder for molding is composed of polyacrylonitrile or polybutadiene. Plastic is a thermoplastic resin or a thermosetting resin and the particle size thereof is pref. about 0.1-100 μ m.

COPYRIGHT: (C)1991,JPO&Japio

THIS PAGE BLANK (12/20)

THIS PAGE BLANK (USPTO)

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平3-221142

⑬ Int.Cl.⁹

B 01 J 20/28
20/20

識別記号

Z
D

庁内整理番号

6939-4G
6939-4G

⑭ 公開 平成3年(1991)9月30日

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全7頁)

⑮ 発明の名称 吸着剤インディケータ

⑯ 特 願 平1-192104

⑰ 出 願 平1(1989)7月24日

⑱ 発 明 者 田 中 栄 治 岡山県岡山市西大寺上1-3-2-5

⑲ 出 願 人 クラレケミカル株式会 岡山県備前市鶴海4342
社

⑳ 代 理 人 弁理士 小田中 壽雄

明 細 書

1. 発明の名称

吸着剤インディケータ

2. 特許請求の範囲

- (1) 金属塩または金属酸化物と活性炭を混合し、ラテックスまたはプラスチック粉末をバインダーとして成造せしめてなる悪臭物質化合物の吸着量インディケータ。
- (2) 金属塩または酸化物をポリメタクリレートゲルに含有せしめてなる悪臭物質化合物の吸着量インディケータ。
- (3) 金属塩または酸化物と活性炭を混合し、ラテックスまたはプラスチック粉末をバインダーとして成造せしめてなるアルデヒド吸着量インディケータ。

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は吸着剤フィルターや濾過体の寿命を簡単に知る方法を提供することにある。

吸着剤は種々の分野で使用されているが、使用

中に有害物質を吸着し、性能は低下する。長期間使用すると吸着能が殆ど無くなっているの知らず、使用して浄化効果が得られないということがよく起こる。従って、これらをフィルターとして用いる場合に、吸着剤の残存能力とマッチングした形でフィルターの寿命予測ができれば、フィルターの交換時期を明確にすることが可能になり、著しく好ましい。

本発明は、吸着剤の有害物質に対する残留吸着能に相関して変化するインディケータ及び、これを内蔵することにより、フィルターの交換時期をフィルターの残留吸着能に対応して表示する方法を提供することにある。

[従来の技術]

吸着剤は一般家庭でも安易に使用されるようになったが、長期間使用すると劣化が起こる。その際、吸着剤の性能がどれだけ残存しているか正確にわからないという欠点がある。

従来からよく行なわれている、フィルターの交換時期を表示する方法としては、例えばフィルタ

一前面に紙を張りつけ、色の変化により寿命を予測する方法がある。これはタバコの煙がくるとヤニで茶色になることを利用したものである。しかし、この方法ではタバコ煙を含まないガスの浄化に用いた場合、茶色への変色が起こらないので吸着剤が劣化していても指示されない事になる。

また、電池の電圧変化を利用して電池と豆球を用いる方法があるが、点灯していると電力が消費され電池の電圧が低下すれば、豆球が消えることを利用したものである。がこれは処理するガスの有害成分が高濃度であろうが低濃度であろうが無関係に、一定期間が過ぎれば、寿命の指示が出ることになり、きわめて不適当である。

あるいはカレンダーを張りつけ、時間が経過すれば取り替えるなど、吸着剤の残留性能に無関係な指標を使用している場合が多かった。この場合、使用しなくても時間が来れば交換することになり、無駄である。

本来フィルターの寿命は、高濃度のガスが来れば短時間で劣化し、低濃度のガスであれば長時間

の寿命になるものである。従ってフィルターの寿命を表わすインディケーターとしては、吸着剤の残留吸着能に応じて寿命を示すものでなくてはならない。

吸着剤の残留性能と対応する形で使用期間、残留性能が推定できれば、吸着剤が劣化すればその使用期間に関わらず寿命を指示できることになる。この様なインディケーター及びそれを内蔵したフィルターは産業上、きわめて有効である。

(発明が解決しようとする問題点)

吸着剤の残留吸着能に対応してインディケータ機能を発揮する組成物を板状、円柱状、円筒状、シート状に加工して、インディケータとして使用する方法および、フィルター内にインディケータが内蔵可能なように成型加工し、それを吸着剤と一体加工し、吸着剤の残存寿命と関連した指標を提供することにある。

(問題点を解決するための手段)

本発明のインディケーター及びインディケーターを内蔵した濾過体は以下の様にして得られる。

以下、その具体的な製法について詳しく説明する。

(1) インディケータの製法と性能

① インディケータの種類

本発明のインディケータは酸化水素用、アルデヒド用すなわち、酸化水素用としては金属塩化合物-活性炭系が利用できる。酸化水素の累積吸着量と対応したインディケータとして利用できる。この場合、金属塩化合物としては、各種金属化合物が使用可能であるが、硝酸銅、硫酸銅、塩化銅などの銅化合物や、硫酸鉛、硫酸鉛等の鉛化合物が好ましい。

また、硝酸銀を溶解したアクリル酸ゲルや、活性炭ではアセトアルデヒドや、ホルマリンなどの、アルデヒド化合物に対して、反応して銀を析出し、電気抵抗が低下するので、アルデヒドセンサーとして使用可能である。

インディケータの形状としては、よりの確なセンシティビティを出すためには、円柱状、板状、筒状、円筒状など、有害成分との接触を妨げない形状が好ましい。

② インディケータの製法

本発明のインディケータは、酸化水素用、アルデヒド用については、以下のようにして作ることができる。すなわち、粒子径 $0.1 \sim 50 \mu$ の金属塩化合物 100 部と粒子径 $0.1 \sim 50 \mu$ の活性炭粉末を $10 \sim 1000$ 部の範囲でよく混合し成型して得られる。この金属塩と活性炭の混合組成物を、その混合比率を変えることにより、吸着量に対する感度を変化させることができる。すなわち、金属塩の量が少ない場合は、少量の吸着量で変化が大きく、多い場合は、多量に吸着しないと変化しないインディケータが得られる。

これらの混合物を必要な形状に成形する必要があるが、成形のためのバインダーとしては、ラテックスや、プラスチック粉末が使用できる。

ラテックスとしては、ポリアクリロニトリル、ポリブタジエン、ポリアリレート、ポリ酢酸ビニル、カルボキシメチルセルローズ、メチルセルローズ等が使用可能である。配合量は金属塩と活性炭の混合物 100 部に対して $50 \sim 100$ 部に

なる。

プラスティックの粒子径は0.1~100 μ 、好ましくは5~50 μ である。

ここでプラスティックとは、熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂、親水性樹脂、導電性樹脂等を言う。

熱可塑性樹脂としてはポリエチレン、ポリプロピレン、ABS、PET、ナイロン、PBT、エチレンアクリル樹脂、PMMA樹脂、メソフェーズビッチ等が使用可能である。

熱硬化性樹脂としてはフuran樹脂、フェノール樹脂等が使用可能である。

親水性樹脂としてはポリビニルアルコール樹脂、エポキシ樹脂、等が使用可能である。

導電性樹脂としてはポリビニルピロール、ポリアセチレン等が使用可能である。

補強剤

強度を向上させるためには、補強剤を入れても良い。補強剤としては、ガラス繊維、炭素繊維、金属繊維などが使用できる。繊維径は、0.1~30 μ 、長さは0.5~10mmが最適である。添加量は

(2) 内蔵型フィルターの製法、性能

本インディケータは吸着剤を含むフィルターと共に使用することにより、そのフィルターの残留吸着能に対応した形で電気抵抗の変化を取り出せるので、フィルターの取り替え時期を正確に予測することができる。気相、液相に使える。

概略の製法

インディケータがペレット状、筒状、円柱状であれば、フィルター内部に入れることが可能である。板状であれば、フィルターの外枠として、成形する。

(吸着材)

フィルターに用いる吸着材としては、活性炭、ゼオライト、シリカゲル、アルミナゲル等、なんでも使用可能である。
ゼオライトでは、天然ゼオライト、合成ゼオライト、モレキュラーシーブ5A、3A、4A、13X、ZSM-5等いづれも使用可能である。

本発明に用いる吸着材の粒径は使用目的に合致すればなんでも良い。気相フィルターの場合、粒

径0.5~10部、好ましくは2~5部である。

混合法

混合法としては、通常の工業的混合法、例えばミキサー、リボンミキサー、スタティックミキサー、ボールミル、サンブルミル、ニーダー等が使用できるがこの限りでない。

成型法

押出成型、ロールプレス、ペレットミル、打錠成型などの方法で、板状、円柱状、筒状が作れる。

電気抵抗を検出するためのリード線は両端を金属溶射してそれに半田付けするか、予め成型の際、埋め込むか、あるいは導電性の接着剤で接着するなどの方法が利用できる。

フィルター型枠内の所定の位置にインディケータのリード線を出して、一体成形してもよい。リード線は、ステンレス線、銅被覆線、エナメル線などが使える。

④インディケータの使用法

単独で用いる場合は、暴露型インディケータとして利用可能である。

径、0.5mm~5mmが好ましい。液相の場合は10メッシュ~32メッシュが良い。が、これに限定されるものではない。

また、吸着剤の形状は破砕状、ペレット状、顆粒状あるいは繊維状、フェルト状、織物状、シート状などのいづれの形態の吸着剤でも使用可能である。濾過体として必要な形状であればよい。圧潰及び入れ替えなどの取扱い、造粒または、吸着剤を盛着したシート状吸着剤が便利の場合がある。

(吸着材)

そのままでも、バラでフィルターに充填してもよい。バインダーを用いてブロック状に成型してもよい。ブロック化した場合はインディケータを一体化できるメリットがある。バインダーとして用いるプラスティックとしては、熱可塑性プラスティック、メソフェーズビッチ等、水や有機溶剤を用いずに加熱融着できるものが通している。

本発明に使用するプラスティックは吸着剤表面に添着した場合、着色性や接着性、導電性を賦与し

得るものでもよい。

更にプラスチック類を選択することにより、その物質と吸着剤との複合機能を付与できれば、更に新しい用途の開発が可能になる。ここでプラスチックとは、熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂、親水性樹脂、導電性樹脂等を言う。

熱可塑性樹脂としてはポリエチレン、ポリプロピレン、ABS、PBT、ナイロン、PBT、エチレンアクリル樹脂、PMMA樹脂、メソフェニッチ等が使用可能である。

熱硬化性樹脂としてはフラン樹脂、フェノール樹脂等が使用可能である。

親水性樹脂としてはポリビニルアルコール樹脂、エポキシ樹脂、等が使用可能である。

導電性樹脂としてはポリビニルピロール、ポリアセチレン等が使用可能である。

これらの接着剤樹脂は、使用目的に応じて使い分けるのが好ましい。すなわち、水溶液の吸着に用いる場合は親水性ポリマーを接着剤とするのが最善で、また、油、有機溶剤などのろ過に用いる

るが、その混合方法としては、通常の工業的混合方法、例えばミキサー、リボンミキサー、スタティックミキサー、ボールミル、ナブミル、ニーダー等が使用できるがこの限りでない。混合の際、混合のみでも付着させることができるが、プラスチックと吸着材の接合をより強固にするために、簡単な加熱を行なうのがよい。熱源としては静電気の発生下あるいは、マイクロ波、赤外線、遠赤外線、高周波等を混合の際、同時に照射することにより、より強固にできるが、これらを用いなくてもよい。又加熱の際、減圧下で加熱することにより、吸着剤から発生する低沸点有機化合物が吸着剤に吸着されて吸着能が低下するのを防止することができる。成形圧力を大きくすることにより、強度の大きい成型体を得られる。

これを空気清浄機のフィルターとして、~~水溶液のろ過に用いる~~使用することにより、その寿命を遠く指示することができる。

(発明の効果)

単独で用いれば、暴露量インディケーターとし

場合は、親水性ポリマーを接着剤にするのが、その対象物質に対する親和性の点で好ましい。

これらの粒子径としては、 $0.1\mu\text{m}\sim 100\mu\text{m}$ 、好ましくは、 $5\mu\text{m}\sim 50\mu\text{m}$ であるがこの限りではない。

(製法)

本発明のインディケーターを内蔵したフィルターの製法としては、吸着剤表面に予め、吸着剤粉末をコーティングまたは付着させ、この吸着剤粒子と内蔵すべきインディケーターを同時に所望の枠内にいれ、加圧圧着する事により、得られる。

バインダーの粒子径としては、 $1\mu\text{m}\sim 100\mu\text{m}$ 、好ましくは、 $5\mu\text{m}\sim 50\mu\text{m}$ であるがこの限りではない。

吸着材に対する接着剤の使用割合は、吸着材の粒度や比重によって異なるが、吸着材100重量部に対して、プラスチック2～10重量部が好ましいが、必要最低限であることが、吸着能低下を防ぐ点から良い。

添着する方法は、混合することにより添着でき

て、また、フィルターに内蔵するとそのフィルターの寿命を知らせることが出来、残留吸着能と対応して、寿命を知ることができる。以下実施例によって、具体的な効果について説明する。

(実施例)

実施例 1

粉末活性炭100重量部および、磷酸銅100重量部および、粒子径 $30\mu\text{m}$ のポリエチレン粉末35部をよく混合し、これを板状($10\text{mm}\times 50\text{mm}\times 1\text{mm}$ 試料1)、ペレット状($5\text{mm}\times 30\text{mm}$ 試料2)、筒状内径(2mm ×外径 $6\text{mm}\times 20\text{mm}$ 試料3)に加熱加圧成形した。これらの両端にステンレスの針金のリード線を取り付けた。また粉末活性炭100重量部にたいして、磷酸銅200重量部(試料4)および、磷酸銅300重量部(試料5)および粒子径 $30\mu\text{m}$ のポリエチレン粉末35部をよく混合し、これを板状($10\text{mm}\times 50\text{mm}\times 1\text{mm}$)に成型した。

図1は各センサーの電気抵抗の経時変化である。図のように本発明のインディケーターは、還元水

果の暴露量に応じて電気抵抗は変化し、寿命インディケータとして、有効であることが明らかになった。

実施例 2

吸水倍率100倍のPMMAゲル10グラムを、硝酸銀5%を含む水1リットル中に投入し、吸水させて、硝酸銀を50wt%含むPMMAゲルを得た。これを直径10mmの円柱状に押し出し成型し、150℃で5時間乾燥して、直径約5mmの硝酸銀含浸ゲルを得た。(試料6)

この両端にリード線を取り付け、酸化水素吸着量インディケータとして用いた。

図2に、酸化水素吸着量と電気抵抗の関係を示す。

図のように本発明のPMMAゲル-硝酸銀成型体は、酸化水素吸着量インディケータとして使用可能である。

実施例 3

硝酸銀20重量部、活性炭粉末20重量部、粒子径20μmのポリプロピレン粉末10重量部をよ

性炭の使用前の酸化水素吸着量は28%であった。このフィルターを入れた空気清浄器を内容積1立方メートルの箱に入れて、酸化水素を連続的に注入し、各センサーの電気抵抗の変化を測定した。

図4はフィルターに置ける各センサーの設置状態、図5は各センサーの電気抵抗の経時変化である。図のように本発明のフィルターは、フィルターの酸化水素の処理量に応じて電気抵抗は変化し、寿命センサーとして、有効であることが明らかになった。

このときの使用済活性炭の酸化水素吸着量は、3.0%であった。

比較のため、寿命インディケータとして用いた豆球点灯式のインディケータでは豆球の使用時間が短いため、灯が消えなかった。

また使用開始時にラベルを剥した白い紙は、白いままで変化がなかった。これは処理ガスがタバコ煙でないためである。

この様に従来からあるインディケータは、フィルターの吸着量の残存性能と無関係な値指示を

く混合し、これを板状10mm×50mm×1mm(試料7)に加熱成型した。

実施例1と同じ方法で、アセトアルデヒドガスを2μgずつ導入した。この時のインディケータの電気抵抗変化を図3に示す。

図のように本発明のアルデヒドインディケータは、アルデヒド吸着量に対応したインディケータとなり得ることがよくわかる。

実施例 4

実施例1で作成した酸化水素インディケータ、試料1、試料2、試料3を用いて酸化水素インディケータを内蔵した空気清浄器用フィルターを作成した。

板状センサー(試料1)は、フィルターの中の一部分として、使用し、ペレット状センサー(試料2)はペレット状活性炭と共に、フィルター内部に充填した。筒状センサー(試料3)は、風の流れる方向に穴を向けてフィルター内にセットした。

このフィルターの大きさは、170mm×190mm×9mmで活性炭の充填量は80gであった。この活

与えることがわかる。

実施例 5

実施例3で作成したアルデヒドインディケータを実施例4と同様にフィルターに成型し、実施例4と同じ方法で、アセトアルデヒドガスを2μgずつ導入した。この時のインディケータの電気抵抗変化を図6に示す。

このフィルターに充填した活性炭の使用前のアセトアルデヒド吸着量は5wt%で、使用後の活性炭のアセトアルデヒド吸着量は0.2wt%であった。

図のように本発明のインディケータ内蔵フィルターは、アセトアルデヒド吸着量に対応した寿命を指示し得ることがわかる。

4. 図面の簡単な説明

図1 実施例1、酸化水素吸着量と電気抵抗の関係

図2 実施例2、酸化水素吸着量と電気抵抗の関係

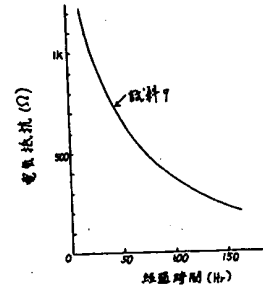
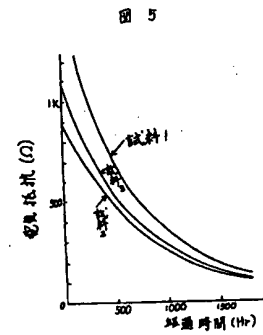
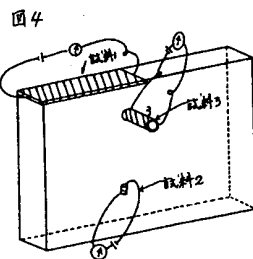
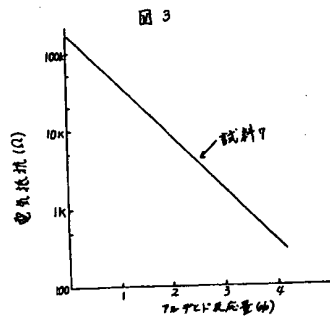
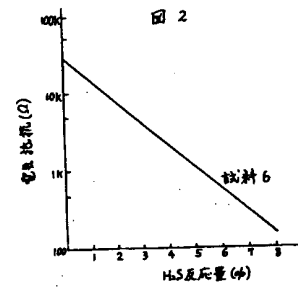
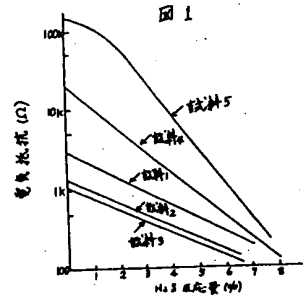
図3 実施例3、アルデヒド吸着量と電気抵抗の関係

図4 実施例4、エアーフィルターとインデ
ケーター配置図

図5 実施例4、フィルター使用時間とインデ
ケーターの電気抵抗の関係

図6 実施例5、フィルター使用時間とインデ
ケーターの電気抵抗の関係

特許出願人 クラレケミカル株式会社
代理人 弁理士 小田中 壽 雄



特開平3-221142(7)

手続補正書(方式)

平成3年4月9日

特許庁長官 植松 敏 殿

1. 事件の表示

特 願 平 1-192104 号

2. 発明の名称

吸着剤インディケーター

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

岡山県備前市鶴海4342

クラレケミカル株式会社

代表取締役 戸 叶 常 雄

4. 代 理 人

〒530 大阪市北区東天満2丁目1番27号

東天満パークビル2号館(5階)

電話 大阪 (06) 351 - 5505

(8841) 弁理士 小田中 壽雄

5. 補正命令の日付(発送日)

平成3年3月12日

6. 補正の対象 図面

7. 補正の内容

図5を別紙の様に訂正する(欠落していた
図番「図6」を記入する)。



THIS PAGE BLANK (25/10)

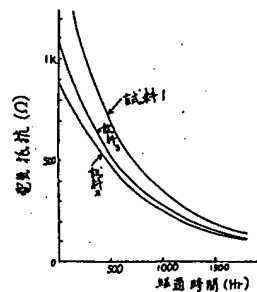
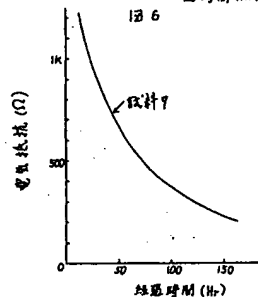


図 6



THIS PAGE BLANK (USPTO)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)